



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007132416/28, 27.08.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.08.2007

(45) Опубликовано: 27.02.2009 Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: Шульгин Б.В. и др. Материаловедение.
2006, №3, с.43-47. Шульгин Б.В. и др. Влияние
ионных пучков на оптические свойства
кристаллов (Li,Na)F-U, Cu. Проблемы
спектроскопии и спектрометрии. - Екатеринбург:
УГТУ-УПИ, 1998, вып.1, с.40-46. RU 2282214
C1, 20.08.2006. RU 2243573 C1, 27.12.2004. US
5796762 A, 18.08.1998. US 5028794 A, 02.07.1991.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ имени первого Президента
России Б.Н.Ельцина", центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Черепанов Александр Николаевич (RU),
Голиков Евгений Георгиевич (RU),
Иванов Владимир Юрьевич (RU),
Кружалов Александр Васильевич (RU),
Нешов Федор Григорьевич (RU),
Петров Владимир Леонидович (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU),
Упорова Юлия Юрьевна (RU),
Кидибаев Мустафа Мусаевич (KG),
Пушин Владимир Григорьевич (RU),
Николаева Нина Васильевна (RU),
Малков Вячеслав Борисович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Уральский государственный технический
университет - УПИ имени первого Президента
России Б.Н.Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ ФТОРИДА ЛИТИЯ ИЛИ ФТОРИДА НАТРИЯ

(57) Реферат:

Изобретение предназначено для получения
нанокристаллических покрытий на основе
нанокристаллов фторида лития или фторида
натрия на различных подложках. Сущность
изобретения: нанокристаллические покрытия на
основе нанокристаллов фторида лития или
фторида натрия получают с использованием
энергетического распыляющего пучка, в качестве
которого применяют ионные циклотронные пучки
ионов гелия He^+ или ионов азота N^{3+} , которыми
облучают в мишенной камере циклотрона в
вакууме исходные кристаллы фторида лития или

фторида натрия, которые располагают под углом
10-15° относительно пучка ионов и облучают до
флюенсов $5 \cdot 10^{15}$ - 10^7 ион/см² при постоянном
нагреве в течение всего процесса облучения с
помощью контактного платинового электрода.
Техническим результатом изобретения является
получение нанокристаллических покрытий на
основе нанокристаллов фторида лития или
фторида натрия на различных подложках с высокой
адгезией к подложкам и возможность создания
нанокристаллических покрытий сплошного или
островкового типа. 3 з.п. ф-лы, 6 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2007132416/28, 27.08.2007**

(24) Effective date for property rights: **27.08.2007**

(45) Date of publication: **27.02.2009 Bull. 6**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19,
GOU VPO "UGTU-UPi imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N.El'tsina", tsentr intellektual'noj
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Cherepanov Aleksandr Nikolaevich (RU),
Golikov Evgenij Georgievich (RU),
Ivanov Vladimir Jur'evich (RU),
Kruzhlov Aleksandr Vasil'evich (RU),
Neshov Fedor Grigor'evich (RU),
Petrov Vladimir Leonidovich (RU),
Shul'gin Boris Vladimirovich (RU),
Uporova Julija Jur'evna (RU),
Kidibaev Mustafa Musaevich (KG),
Pushin Vladimir Grigor'evich (RU),
Nikolaeva Nina Vasil'evna (RU),
Malkov Vjacheslav Borisovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovaniya
"Ural'skij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet - UPI imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N.El'tsina" (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING NANOCRYSTALLINE COATS BASED ON NANOCRYSTALS OF LITHIUM OR SODIUM FLUORIDE**

(57) Abstract:

FIELD: nanotechnologies.

SUBSTANCE: invention aims at producing nanocrystalline coats based on lithium or sodium fluoride on various substrates. The aforesaid coats are produced by a power spraying beam representing ionic cyclotron beams of He^+ or N^{3+} ions used to irradiate, in cyclotron target chamber in vacuum, the mother crystals of lithium

or sodium fluoride arranged at the angle of 10 to 15° relative to the ion beam. The irradiation is proceeded at constant heating by means of contact platinum electrode till obtaining fluences of $5 \cdot 10^{15}$ to 10^7 ion/cm².

EFFECT: production of nanocrystalline solid or insular coats based on lithium or sodium fluoride on various substrates.

4 cl, 6 dwg

Изобретение относится к области получения нанокристаллов неорганических материалов и нанокристаллических покрытий на их основе, а именно относится к области получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе на подложках из различных материалов: неорганических (включая

5 металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органических материалов. Изобретение представляет интерес для решения ряда проблем нанотехнологий, связанных с разработкой нанокристаллических структур и гетероструктур, пригодных для создания оптоэлектронных блоков и систем многоцелевого назначения, в частности, таких как волноводы, микродетекторы,

10 индикаторы и визуализаторы ионизирующих излучений для систем радиационного мониторинга и систем неразрушающего контроля, для устройств, обеспечивающих генерацию, ограничение (ослабление) и усиление света с использованием активных одномодовых канальных волноводов, для получения миниатюрных широкополосных усилителей и лазеров, совместимых с интегральными оптическими элементами.

15 Известен механохимический способ получения нанокристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$ из кристаллов фторидов CaF_2 и LaF_3 [Б.П.Соболев, И.А.Свиридов, В.И.Фадеева, С.Н.Сульянов, Н.И.Сорокин, З.И.Жмурова, П.Эрреро, А.Ланда-Кановас, Р.М.Рохас. Кристаллография. 2005. Т.50, №3. С.524-531]. Синтез нанокристаллов по известному способу осуществляют помолем смесей исходных ингредиентов CaF_2 и LaF_3 , например

20 90% CaF_2 и 10% LaF_3 или 80% CaF_2 и 20% LaF_3 , в планетарной мельнице в атмосфере аргона. Известный способ позволяет получать нанокристаллы нестехиометрической фазы $\text{Ca}_{1-x}\text{La}_x\text{F}_{2+x}$ в виде объемной массы размером от 5 до 50 нм, в среднем 20-30 нм. Однако известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы и нанокристаллические покрытия на их основе толщиной в один или несколько слоев

25 нанокристаллов на различных подложках, не позволяет получать нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа.

Известен способ получения планарных гетероструктур на базе кристаллов фторида лития с приповерхностным нано-, микроструктурированным слоем, включающий облучение исходных кристаллов фторида лития энергетическим пучком электронов или ионов гелия

30 He^+ [R.M.Monterealy et al. Opt. Comm. 1988, V.153. P.233; Mussi et al. Appl. Phys. Lett. 2003. V.82. P.3886; K.Kawamuvu et al. Appl. Phys. Lett. 2004. V.84. P.311; F.Bofigli et al. Opt. Materials. 2003, V.24. P.291-296; T.Kirobori et al. Y. Phys. Condens. Matter. 2003, V.15, P.L399]. Известный способ позволяет получать приповерхностные нано- и микроразмерные покрытия (слои) только на исходном кристалле вследствие радиационной модификации: в приповерхностных слоях исходного кристалла в результате облучения образуются наноразмерные дефекты в виде заполненных

35 электронами вакансий (центров окраски, включая агрегатные центры окраски) или имплантированных атомов (ионов) гелия He^+ , используемых для облучения. Толщина модифицированных приповерхностных слоев зависит от глубины проникновения

40 энергетического пучка электронов или ионов гелия He^+ в кристалл, которая определяется энергией пучка. Толщина модифицированных приповерхностных слоев может достигать величины от нескольких нанометров до нескольких микрон и более в случае облучения кристаллов фторида лития глубокопроникающим пучком электронов высоких энергий. Эти дефектные приповерхностные слои являются элементами планарной гетероструктуры.

45 Однако известный способ позволяет получать нано-, микроструктурированные слои только на исходном облучаемом кристалле (мишени) и не позволяет размещать эти нано-, микроструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др.). Кроме того, известный способ не

50 Известен способ получения наноструктурированных приповерхностных слоев (элементов волоконных гетероструктур) кристалловолокон фторида лития или фторида натрия, включающий облучение исходных кристалловолокон циклотронным ионным пучком ионов гелия He^+ или ионов азота N^{3+} [Патент РФ 22822114, МПК G01T 1/20, 1/202, 2006.

Бюл. №23]. Суть известного способа заключается в облучении вращающихся исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия пучком ионов гелия He^+ с энергией 3 ± 2 МэВ и флюенсом в пределах от 10^{15} до 10^{16} ион/см² или пучком ионов азота N^{3+} с энергией 16 ± 6 МэВ и флюенсом в пределах от $5\cdot 10^{14}$ до $8\cdot 10^{15}$ ион/см² в мишенной камере циклотрона при вакууме $\sim 10^{-6}$ мм рт. ст. В результате облучения в приповерхностных слоях исходных кристалловолокон фторида лития или фторида натрия образуются тонкие наноразмерные дефектные слои, толщина которых зависит от энергии облучающих ионов. Однако известный по патенту РФ 22822114 способ позволяет получать наноструктурированные слои только на исходных облучаемых кристалловолоконках (мишенях) и не позволяет размещать эти наноструктурированные слои на носителях-подложках другого типа: органических и неорганических (металлических, керамических и др.). Кроме того, известный способ не позволяет получать отдельные нанокристаллы.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют пучок высокоэнергетического лазерного излучения (так называемый метод лазерной абляции) [Б.В.Шульгин, В.Ю.Иванов, А.Н.Черепанов, Т.С.Королева, М.Г.Иванов и др. Материаловедение, 2006, №3. С.43-47.; Люминесценция объемных, волоконных и наноразмерных кристаллов LiF и NaF / А.Н.Черепанов, В.Ю.Иванов, Т.С.Королева, Б.В.Шульгин. - Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2006. - 304 с.]. В рамках известного способа нанокристаллы фторида лития или фторида натрия и нанокристаллические покрытия на их основе получают в мишенной камере распыления путем облучения исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия мощным импульсным инфракрасным CO_2 -лазером в атмосфере воздуха. Энергия каждого лазерного импульса - 1,3-1,6 Дж, пиковая мощность - 7-9 кВт, частота следования импульсов - 1 Гц, длительность импульса ~ 300 мкс. Излучение лазера фокусируют линзой из хлорида калия и направляют на мишень под углом 45° . В точке касания луча поверхности исходного кристалла (мишени) возникает факел, состоящий из наночастиц распыляемого материала. Подложку устанавливают над мишенью примерно параллельно облучаемой поверхности мишени так, чтобы расстояние между мишенью и подложкой не превышало размеров лазерного факела (несколько миллиметров). Испаряемый лазерным пучком фторид лития или фторид натрия разлетается в 2π -геометрии в виде нанокристаллов и осаждается на подложке. Известный способ позволяет получать нанокристаллы фторида лития или фторида натрия с размерами от 5 нм и выше и нанокристаллические покрытия на их основе со средними размерами нанокристаллов в покрытии ~ 60 нм. Однако известный способ из-за высокой скорости процесса лазерного распыления (абляции) не позволяет надежно управлять толщиной нанокристаллических покрытий, особо когда требуется получить нанокристаллические покрытия толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Кроме того, из-за отсутствия однозначно направленных импульсов у распыляемых при лазерной абляции в 2π -геометрии наночастиц фторида лития или фторида натрия их адгезия к подложке (прилипание к подложке) оказывается слабой, так что требуется специальный подогрев подложки (до температуры, равной 30-70% от температуры плавления распыляемых материалов) в течение всего процесса распыления. В противном случае нанокристаллические покрытия оказываются низкого качества и могут просто осыпаться. Это является существенным недостатком известного способа.

В предлагаемом способе получение нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия осуществляют распылением на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, в качестве которого используют циклотронные пучки ионов гелия He^+ с энергией 3 ± 2 МэВ или ионов азота N^{3+} с энергией 16 ± 6 МэВ, облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не хуже 10^{-6} мм рт. ст., исходные

кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом 10-15° относительно пучка ионов и облучают до флюенсов $5 \cdot 10^{15} - 10^{17}$ ион/см² при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода, исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение 10-20 минут до облучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры 740-760°C для кристалла фторида лития и 850-890°C для кристалла фторида натрия; нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения; распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, которую располагают перпендикулярно распыляемой поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов; распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000-3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.

Предварительный нагрев исходных кристаллов в вакууме до высокой температуры приводит к очистке их поверхности от водных, углеродных, азотных и других газовых включений. Под действием ионного пучка происходит направленное малоугловое ионное распыление вперед (направленная малоугловая абляция) нагретых до достаточно высоких температур (около 85% относительно $T_{пл}$) приповерхностных слоев исходных кристаллов LiF или NaF, так что выбитые из приповерхностных слоев кристаллов отдельные ионы или наночастицы исходного вещества имеют направленный импульс малоуглового рассеяния вперед. В итоге эти наночастицы оказываются вбитыми, вколоченными в подложку из неорганического (включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные материалы) или органического материала, например на подложку из стеклоглассера, кремния, фторида лития или фторида натрия. При этом как отдельные наночастицы, так и нанокристаллические покрытия оказываются прочно связанными с подложкой. Подогрева подложки не требуется.

Подложку устанавливают в мишенной камере циклотрона вблизи исходного кристалла перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы прямой пучок ионов на подложку не попадал (Фиг.1). В силу статистического характера взаимодействия ионов циклотронных пучков с атомами приповерхностных слоев распыляемого материала (фторида лития или фторида натрия) на подложке формируются покрытия из наночастиц сплошного или островкового типа. Для управления процессом получения сплошных нанокристаллических покрытий высокого качества распыление исходных материалов ведут в электрическом поле напряженностью 1000-3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Приложенное напряжение улучшает качество нанокристаллических покрытий вследствие того, что оно способствует снижению, рассасыванию объемного заряда, накапливаемого на подложке в процессе малоуглового рассеяния ионов первичного пучка.

Таким образом, сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия получают с использованием распыляющего пучка, в качестве которого применяют ионные циклотронные пучки ионов гелия He^+ или ионов азота N^{3+} , которыми облучают в мишенной камере циклотрона в вакууме исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия так, что происходит их малоугловое направленное распыление (абляция) вперед. Исходные кристаллы предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода и сохраняют нагретыми во время всего процесса облучения. При этом на подложке формируются отдельные нанокристаллы или нанокристаллические покрытия сплошного или островкового типа толщиной в один или несколько слоев нанокристаллов. Для повышения качества сплошных нанокристаллических покрытий распыление исходных кристаллов ведут в электрическом поле, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом. Предварительный нагрев исходных материнских кристаллов в вакууме необходим для очистки поверхности кристаллов от газовых включений, от сорбатов. Нагрев во время всего процесса

облучения необходим для уменьшения связи ионов лития/натрия и фтора с кристаллической решеткой и для увеличения выхода нанокристаллов в результате малоуглового распыления вперед распыляемого материала.

Аттестация полученных нанокристаллов фторида лития и натрия и нанокристаллических покрытий на их основе проводилась с использованием методов электронной сканирующей микроскопии (использовались микроскоп японской фирмы YEOL JSM-5900 LV и микроскоп Quanta-20 фирмы «Филипс»).

Преимуществом предлагаемого способа получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия является их высокая адгезия к различным подложкам (органическим и неорганическим, включая металлические, полупроводниковые, диэлектрические, керамические или стеклянные подложки), а также возможность создания нанокристаллических покрытий сплошного или островкового типа.

Дополнительным преимуществом предлагаемого способа является возможность получения не только чистых, беспримесных нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, но и активированных примесями нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе. В частности, возможно получение нанокристаллов фторида лития или фторида натрия и нанокристаллических покрытий на их основе, активированных люминесцентно-активными примесями, например ураном.

Пример 1. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида натрия.

Нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида натрия получают из исходных кристаллов фторида натрия путем их направленного радиационного распыления вперед на подложку с помощью пучка ускоренных ионов азота N^{3+} . Схема процесса радиационного распыления приведена на Фиг.1, на которой указано направление пучка ионов, положение исходного кристалла мишени и положение подложки. Распыление исходного кристалла фторида натрия размером $10 \times 10 \times 1 \text{ мм}^3$ ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме $10^{-6} \text{ мм рт. ст.}$ Кристалл располагают под углом 15° относительно оси пучка ионов азота N^{3+} . Энергия ионов N^{3+} равна 10 МэВ. Перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры 860°C в течение 15 минут, после чего кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса 10^{16} ион/см^2 (продолжительность облучения зависит от тока пучка). Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне 860°C . Под действием пучка ионов азота происходит направленное распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия с участием нескольких возможных процессов. При ударном взаимодействии ионов азота, имеющих энергию 10 МэВ, с ядрами фтора и натрия, может происходить их выбивание из узлов кристаллической решетки, в результате чего образуются ионы фтора и натрия, распыляемые под малым углом вперед, которые образуют наночастицы фторида натрия на подложке. Происходит и другой процесс, связанный с разогревом поверхностного слоя распыляемого вещества фторида натрия за счет трековых эффектов, вызывающих абляционное распыление вперед наночастиц, которые попадают на подложку, вкоачиваются, вжигаются в нее, обеспечивая их высокую адгезию к подложке. Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере из стеклоуглерода, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на подложке формируются почти сплошные нанокристаллические покрытия островкового типа из отдельных наночастиц фторида натрия и их агрегатов (Фиг.2). Размеры агрегатов наночастиц от 60 до 400 нм. Аналогичным образом получают люминесцирующие покрытия на основе NaF:U с характерным зеленым свечением.

Пример 2. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов

фторида натрия (то же, что в примере 1, но с приложенным электрическим полем).

Нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида натрия получают так же, как в примере 1, но между подложкой и контактным платиновым электродом прикладывают электрическое поле напряженностью 1000-3000 В/см, которое поляризует образующиеся молекулы и нанокластеры фторида натрия и обеспечивает (стимулирует) их направленное движение к подложке. Электрическое поле обеспечивает более равномерное, чем в примере 1, распределение наночастиц на подложке и получение нанокристаллических покрытий более высокого качества. В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия, показанные на Фиг.3-5 при различном увеличении. Размеры наночастиц в нанокристаллических покрытиях - от 15 до 120 нм (в среднем).

Пример 3. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида натрия (то же, что в примере 1, но с использованием низкой температуры разогрева мишени).

Нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида натрия получают так же, как в примере 1, но перед облучением исходный кристалл фторида натрия нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода не до 860°C, а до 50°C и поддерживают такую же температуру в течение всего процесса облучения. Низкая температура нагрева не обеспечивает эффективного распыления поверхностного слоя исходного кристалла фторида натрия на подложку. В результате нанокристаллические покрытия формируются не регулярно и в виде отдельных случайных сгустков.

Пример 4. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида натрия (то же, что в примере 2, но с использованием более высокого флюенса облучения).

Нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида натрия получают так же, как в примере 2, но кристалл облучают пучком ионов азота до флюенса 10^{17} ион/см² (продолжительность облучения зависит от тока пучка). В результате на подложке образуются сплошные нанокристаллические покрытия из наночастиц фторида натрия типа покрытий из примера 2, но более плотные. Более высокий флюенс (более 10^{17} ион/см²) требует больших затрат и экономически не эффективен.

Приемлемыми энергиями ионов N^{3+} и He^+ , применяемых для распыления кристаллов NaF и получения нанокристаллических покрытий, являются энергии в пределах 16 ± 6 МэВ и 3 ± 2 МэВ соответственно.

Пример 5. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития.

Нанокристаллические покрытия на основе нанокристаллов фторида лития получают из исходных материнских кристаллов фторида лития путем их направленного радиационного распыления вперед с помощью пучка ускоренных ионов гелия He^+ . Схема процесса радиационного распыления такая же, как и в примере 1, она приведена на Фиг.1. Распыление исходного кристалла фторида лития размером $10 \times 10 \times 1$ мм³ ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме 10^{-6} мм рт. ст. Кристалл располагают под углом 15° относительно оси пучка ионов гелия. Энергия ионов гелия He^+ 3 МэВ. Перед облучением исходный кристалл LiF нагревают с помощью прилегающего к кристаллу контактного платинового электрода до температуры 750°C в течение 10 мин, после чего кристалл облучают пучком ионов гелия до флюенса 10^{16} ион/см². Температуру кристалла во время облучения с помощью контактного платинового электрода поддерживают на уровне 750°C. Под действием пучка ионов гелия происходит малоугловое направленное вперед распыление (абляция) поверхностного слоя исходного кристалла фторида лития на подложку из фторида лития. Процессы распыления исходного вещества аналогичны процессам, протекающим при распылении фторида натрия (см. пример 1). Подложку из неорганического или органического материала, в данном примере подложку из фторида лития, устанавливают перпендикулярно распыляемой поверхности исходного кристалла

так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов. Электрическое поле не прикладывают. В результате на подложке образуются нанокристаллические покрытия из наночастиц LiF островкового типа (Фиг.6). Более равномерные нанокристаллические покрытия на основе LiF образуются при приложении электрического поля порядка 1000-3000 В/см между распыляемым материнским кристаллом и подложкой.

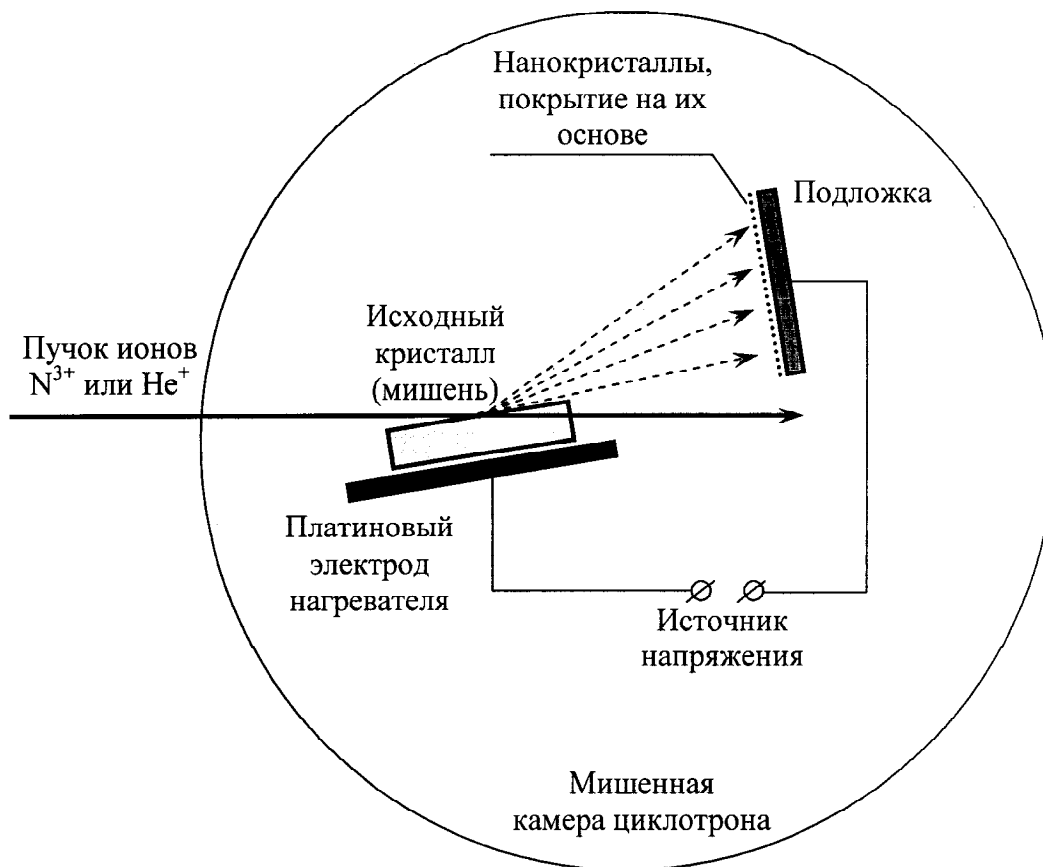
Формула изобретения

1. Способ получения нанокристаллических покрытий на основе нанокристаллов фторида лития или фторида натрия, включающий распыление на подложку исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия путем их облучения энергетическим распыляющим пучком, отличающийся тем, что в качестве энергетического распыляющего пучка используют циклотронные пучки ионов гелия He^+ с энергией 3 ± 2 МэВ или ионов азота N^{3+} с энергией 16 ± 6 МэВ, облучение ведут в мишенной камере циклотрона при вакууме не хуже 10^{-6} мм рт.ст., исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия располагают под углом $10-15^\circ$ относительно пучка ионов и облучают до флюенсов $5 \cdot 10^{15}-10^7$ ион/см² при постоянном нагреве в течение всего процесса облучения с помощью контактного платинового электрода.

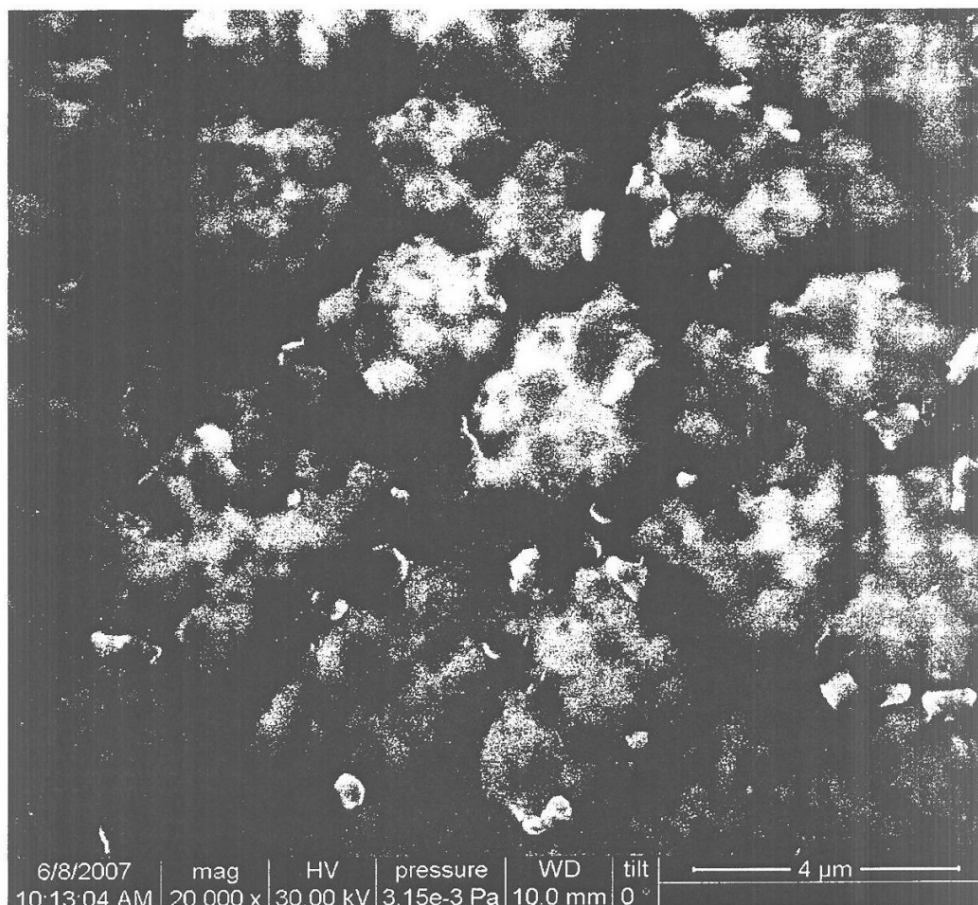
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходные кристаллы фторида лития или фторида натрия в течение 10-20 мин до облучения предварительно нагревают с помощью контактного платинового электрода до температуры $740-760^\circ\text{C}$ для кристалла фторида лития и $850-890^\circ\text{C}$ для кристалла фторида натрия; нагрев до этих температур поддерживают в течение всего последующего процесса облучения.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут на подложку, которую располагают перпендикулярно распыляемой поверхности исходных кристаллов так, чтобы на нее не попадал первичный пучок ионов.

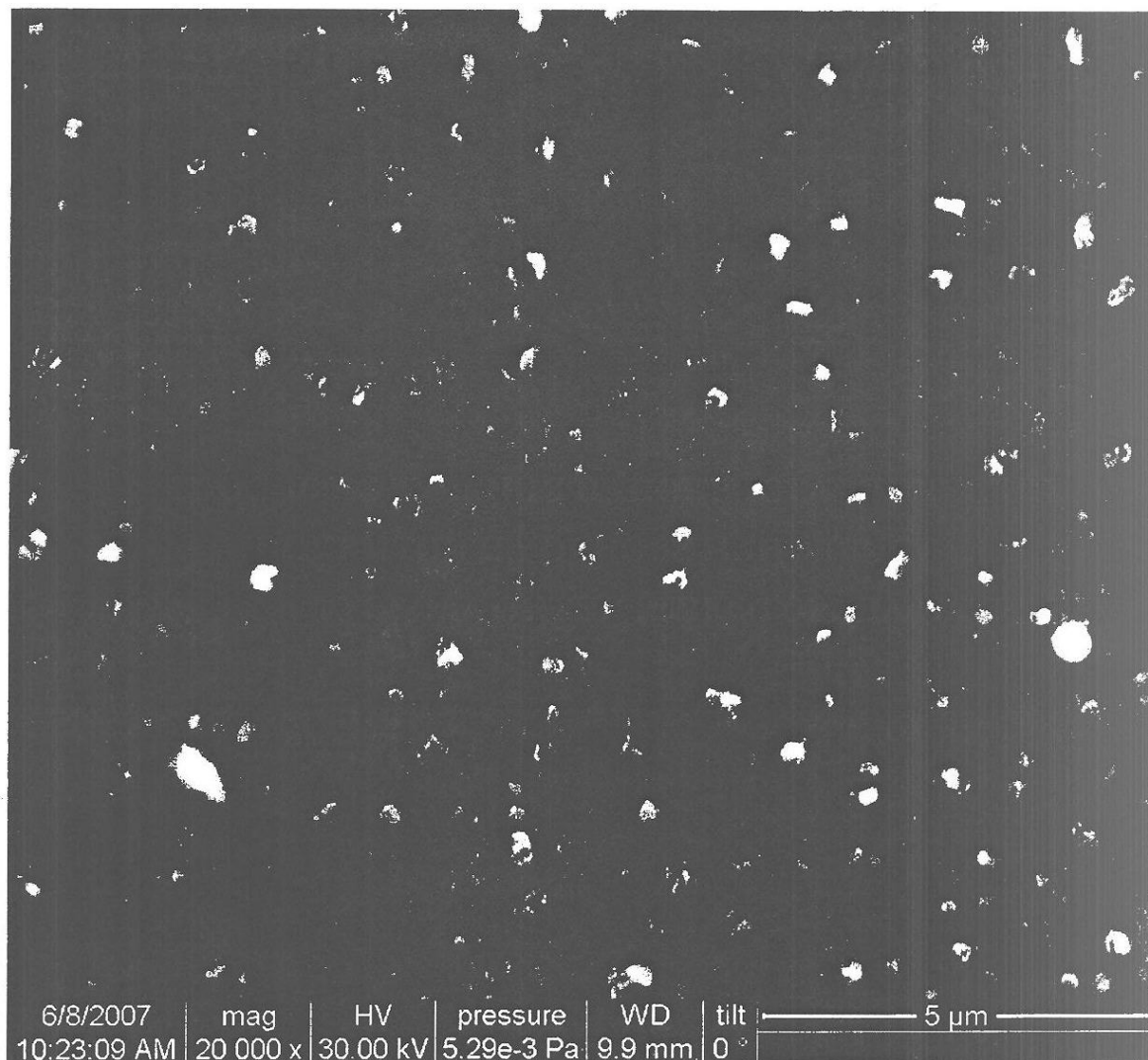
4. Способ по п.1, отличающийся тем, что распыление исходных кристаллов фторида лития или фторида натрия ведут в электрическом поле напряженностью 1000-3000 В/см, создаваемом за счет приложения напряжения между подложкой и контактным платиновым электродом.



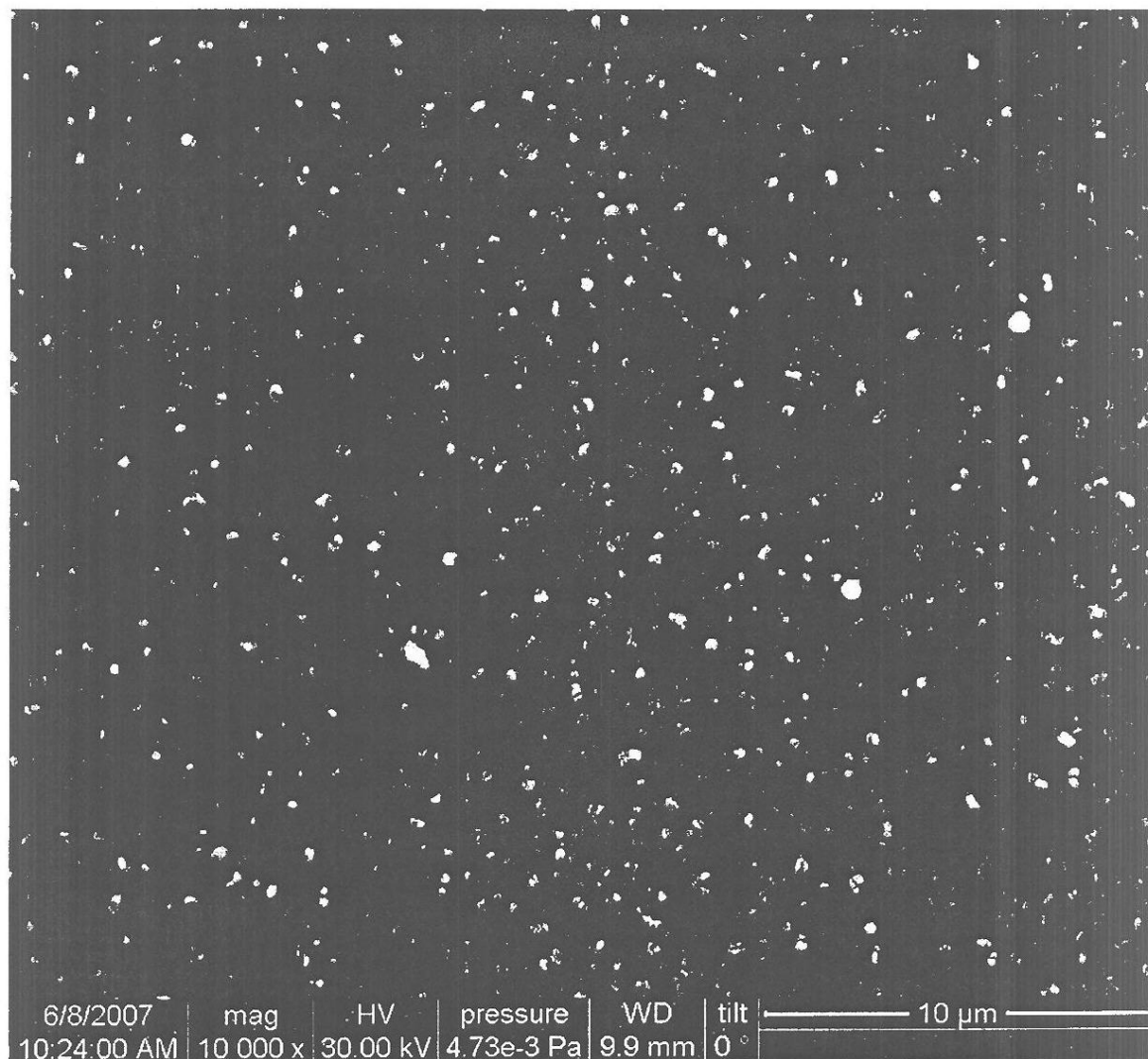
Фиг. 1



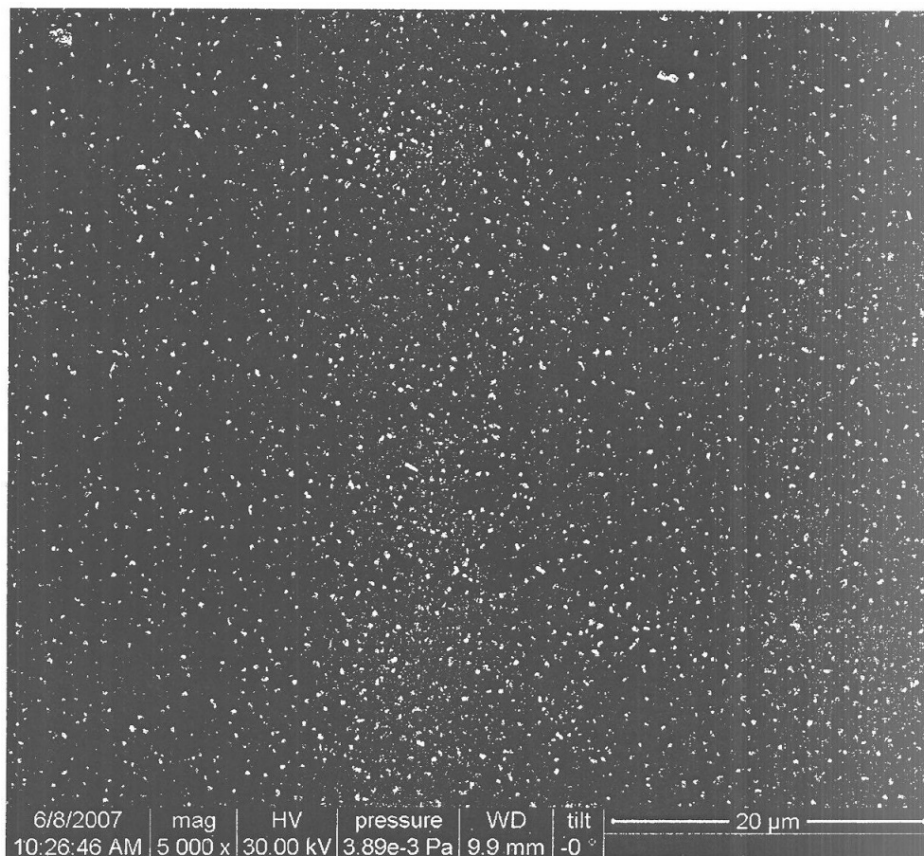
Фиг. 2



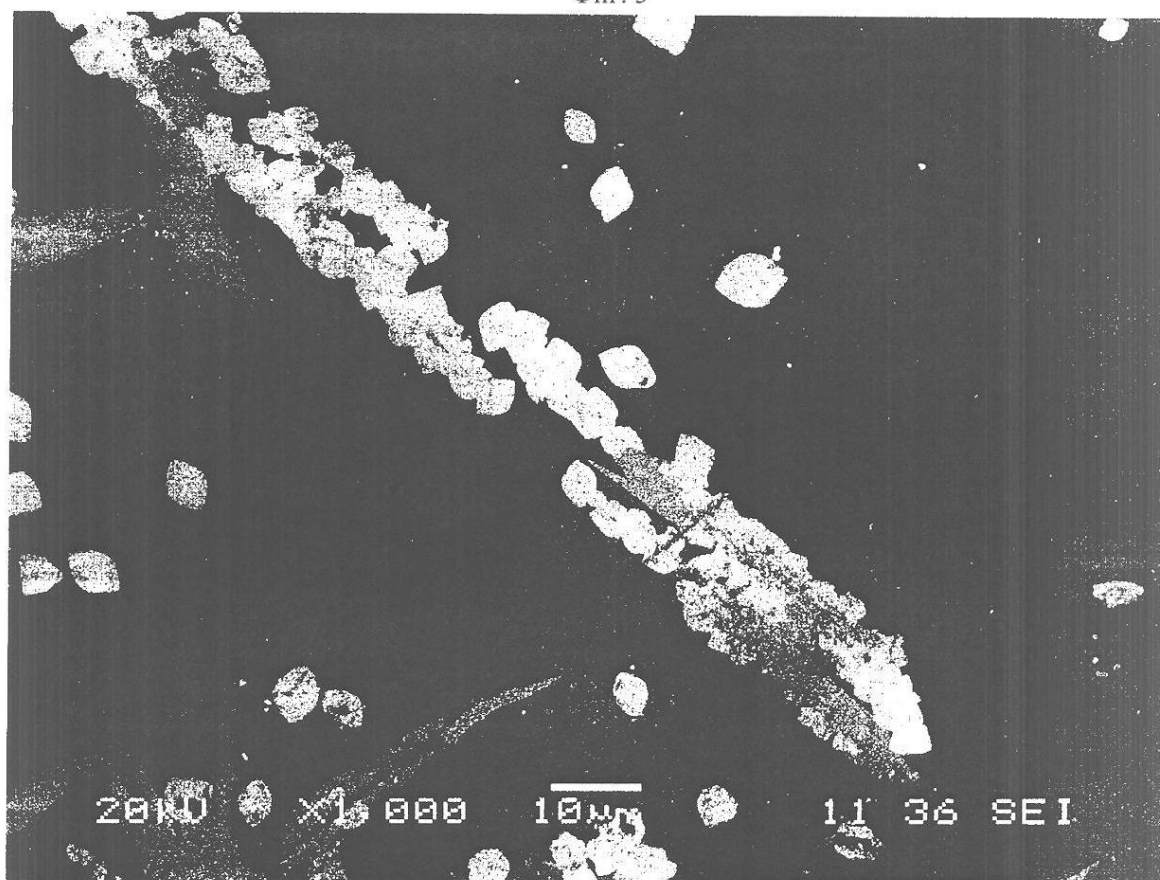
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **28.08.2009**

Дата публикации: **27.03.2011**

RU 2 347 741 C1

RU 2 347 741 C1